

(19) 日本国特許庁 (J P)

(12) 公開特許公報 (A)

(11) 特許出願公開番号
特開2000-63674
(P2000-63674A)

(43) 公開日 平成12年2月29日 (2000.2.29)

(51) Int.Cl. ⁷	識別記号	F I	テーマコード* (参考)
C 0 8 L	83/08	C 0 8 L 83/08	4 C 0 8 3
A 6 1 K	7/00	A 6 1 K 7/00	J 4 J 0 0 2
	7/02	7/02	P
	7/035	7/035	
	7/06	7/06	
審査請求 未請求 請求項の数 3 O L (全 11 頁) 最終頁に続く			

(21) 出願番号	特願平10-240452	(71) 出願人	000002060 信越化学工業株式会社 東京都千代田区大手町二丁目6番1号
(22) 出願日	平成10年8月26日 (1998.8.26)	(72) 発明者	大村 直樹 群馬県碓氷郡松井田町大字人見1番地10 信越化学工業株式会社シリコン電子材料 技術研究所内
		(72) 発明者	井口 良範 群馬県碓氷郡松井田町大字人見1番地10 信越化学工業株式会社シリコン電子材料 技術研究所内
		(74) 代理人	100062823 弁理士 山本 亮一 (外2名) 最終頁に続く

(54) 【発明の名称】 シリコン硬化物粉末およびそれを配合してなる化粧料

(57) 【要約】

【課題】 有機油性物質と共存した場合にこれら物質を吸収しにくく、添加した製品の形状、特性を変化させず、流動性があり、また凝集性が低いため各種基材への均一な分散が良好なシリコン硬化物粉体。

【解決手段】 構造単位 $[R^1R^2SiO_{2/2}]$ 、 $[R^2_2SiO_{2/2}]$ および $[R^2_3SiO_{1/2}]$ からなるシリコンを主成分とするシリコンゴム硬化物粉体に、ポリオルガノシルセスキオキサン硬化物を被覆してなるシリコン硬化物粉末。

【特許請求の範囲】

【請求項1】 構造単位 $[R^1R^2SiO_{2/2}]$ 、 $[R^2_2SiO_{2/2}]$ および $[R^3_3SiO_{1/2}]$ からなるシリコンを主成分とする平均粒径 $0.1 \sim 100 \mu m$ で J I S - A 硬度が5~90のシリコンゴム硬化物粉体に、ポリオルガノシルセスキオキサン硬化物を被覆してなることを特徴とするシリコン硬化物粉末。[ここで R^1 は $R^f(CH_2)_a$ (R^f は炭素数1~20のパーフルオロアルキル基、 a は1~6の整数)で表され、 R^2 は炭素数1~20のフッ素を含有しない1価炭化水素基もしくは水素原子でありかつ含有モル比 $R^1/(R^1+R^2)$ が0.05~0.5である。]

【請求項2】 R^1 が $CF_3CH_2CH_2$ である請求項1記載のシリコン硬化物粉末。

【請求項3】 請求項1あるいは請求項2記載のシリコン硬化物粉末を配合してなる化粧料。

【発明の詳細な説明】

【0001】

【発明の属する技術分野】本発明はシリコン硬化物粉末およびシリコン硬化物粉末を配合してなる化粧料に関する。シリコン硬化物粉末は凝集が少なく、分散性に優れ、かつ耐油性に優れるという特性を有するので塗料、合成樹脂、合成ゴム、天然ゴム、艶出し剤、離型剤などへの添加剤として使用され、さらにシリコン硬化物粉末を配合してなる化粧料は、化粧の持続性に優れ、色ムラがなく、仕上がりが美しいという特徴を有する。

【0002】

【従来の技術】従来からシリコンゴム硬化物粉体が提案されている。(特公平3-30620、特公平4-17986、特公平4-55611、特公平6-2820、特公平6-2821、特公平6-11795号各公報参照)

またこれらシリコンゴム硬化物粉体は、熱硬化性エポキシ樹脂(特公昭63-12489、特公平6-55805号各公報参照)、合成樹脂(特開昭60-1273、特開昭63-221165号各公報参照)、合成ゴム(特開平1-215847、特開平6-329909、特開平1-249847号各公報参照)、化粧料(特開平7-258026、特開平7-258027、特開平8-259419、特開平8-310915、特開平8-319215、特開平8-319218号各公報参照)あるいは顔料、コーティング剤等の添加剤として提案されている。しかしこれらシリコンゴム硬化物粉体は他の有機油性物質と共存した場合には、これら物質を吸収しやすく、その結果、シリコンゴム硬化物粉体を添加した製品の形状、特性が変化することが問題とされてきた。また上記の方法で得られたシリコンゴム硬化物粉体粒子は流動性が乏しいため取り扱いにくく、また凝集性が強いと各種基材への均一な分散が困難であるという欠点も有していた。

【0003】

【発明が解決しようとする課題】本発明者らはこのような問題を解決するために検討を行い、その結果、パーフルオロアルキル基を所定量導入したシリコンゴム硬化

物粉体を更にポリオルガノシルセスキオキサン硬化物で被覆することにより、得られたシリコン硬化物粉末が有機油性物質に対する耐油性に優れ、さらに流動性、分散性および基材との相溶性を向上せしめることを確認して本発明を完成させた。更にこのシリコン硬化物粉末を化粧料に配合した場合、化粧の持続性に優れ、色ムラがなく、仕上がりが美しいという利点のあることを見いだした。

【0004】

【課題を解決するための手段】本発明はシリコン硬化物粉末に関するものでありこのシリコン硬化物粉末は構造単位 $[R^1R^2SiO_{2/2}]$ 、 $[R^2_2SiO_{2/2}]$ および $[R^3_3SiO_{1/2}]$ からなるシリコンを主成分とする平均粒径 $0.1 \sim 100 \mu m$ で J I S - A 硬度が5~90のシリコンゴム硬化物粉体に、ポリオルガノシルセスキオキサン硬化物を被覆してなることを特徴とするものである。ここで、 R^1 は $R^f(CH_2)_a$ (R^f は炭素数1~20のパーフルオロアルキル基、 a は1~6の整数)で表され、 R^2 は炭素数1~20のフッ素を含有しない1価炭化水素基もしくは水素原子でありかつ含有モル比 $R^1/(R^1+R^2)$ が0.05~0.5である。

【0005】

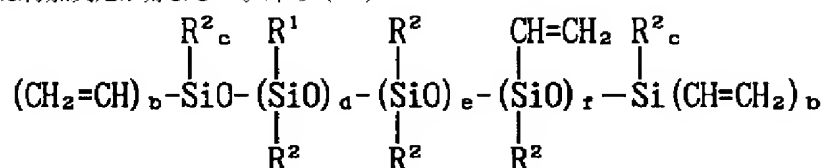
【発明の実施の形態】本発明は構造単位 $[R^1R^2SiO_{2/2}]$ 、 $[R^2_2SiO_{2/2}]$ および $[R^3_3SiO_{1/2}]$ からなるシリコンを主成分とする平均粒径 $0.1 \sim 100 \mu m$ で J I S - A 硬度が5~90のシリコンゴム硬化物粉体にポリオルガノシルセスキオキサン硬化物を被覆したシリコン硬化物粉末に関する。

【0006】本発明における R^f の具体例としてはパーフルオロメチル、パーフルオロエチル、パーフルオロプロピル、パーフルオロヘキシル、パーフルオロヘプチル、パーフルオロオクチル、パーフルオロデシル、パーフルオロドデシル、パーフルオロテトラデシル、パーフルオロヘキサデシル、パーフルオロオクタデシル、パーフルオロエイコシルが挙げられるが、特にパーフルオロメチルが好ましい。 R^2 としては水素及びメチル、エチル、プロピル、ブチル、ペンチル、ヘキシル、ヘプチル、オクチル、ノニル、デシル、ドデシル、テトラデシル、ヘキサデシル、オクタデシル、エイコシル等のアルキル基；シクロペンチル、シクロヘキシルなどのシクロアルキル基；ビニル、アリルなどのアルケニル基；フェニル、トリル等のアリール基を表わす。このなかでは90モル%以上がメチルであることが好ましい。また a としては1~6が好ましく、2が最も好ましい。構造単位中に含有される R^1 、 R^2 のモル比 $R^1/(R^1+R^2)$ が0.05未満であると、耐油性が不充分となるし、0.5より大きいものは潤滑性や離型性が不充分となるため、0.05~0.5が必要であるが、好ましくは0.1~0.4、更に好ましくは0.15~0.35である。

【0007】本発明のシリコンゴム硬化物粉体の平均粒径は $0.1 \mu m$ 未満であると得られるシリコン硬化物

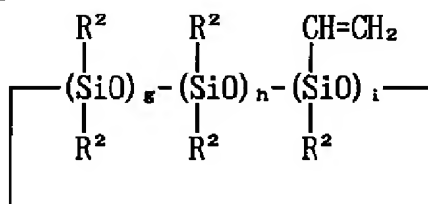
粉末の潤滑性や離型性が不充分となるし、 $100\mu\text{m}$ より大きいと化粧料の使用時に異物感が生じるので、 $0.1\sim 100\mu\text{m}$ が必要であるが、好ましくは $1\sim 50\mu\text{m}$ 、より好ましくは $3\sim 20\mu\text{m}$ である。またシリコンゴム硬化物粉末のJIS-A硬度は5未満であると、得られるシリコン硬化物粉末の潤滑性や離型性が不充分となるし、90より大きいと異物感が生じることから、 $5\sim 90$ が必要であるが、好ましくは $10\sim 80$ 、より好ましくは $20\sim 70$ である。このシリコンゴム硬化物粉末の形状は特に限定されず、球状、板状、不定形のいずれでも良いが、なかでも球状が最も望ましい。

【0008】本発明におけるシリコンゴム硬化物粉末の製造は、メトキシシリル基($\equiv\text{SiOCH}_3$)とヒドロキシシリル基($\equiv\text{Si-OH}$)等との縮合反応、メルカプトシリル基($\equiv\text{SiSH}$)とビニルシリル基($\equiv\text{SiCH=CH}_2$)とのラジカル反応、ビニルシリル基($\equiv\text{SiCH=CH}_2$)と $\equiv\text{SiH}$ 基との付加反応によるものなどが例示されるが、反応性、反応工程上の点からは付加反応が好ましい。即ち(a)



(ここでbおよびcは0, 1, 2または3かつ $b+c=3$ であり、dは正数、eおよびfは0または正数、且つ $2b+f\geq 2$ である。)

【化2】



(ここでgは1以上の正の整数、hは0または正の整数、iは2以上の整数で $g+h+i=4\sim 10$ である。)

【0011】前記(b)成分は(a)成分の架橋剤であり、(b)成分の珪素原子に直結した水素原子が(c)成分の触媒作用により(a)成分中のビニル基と付加反応して硬化する。従ってこの(b)成分は1分子中に珪素原子に結合した水素原子を少なくとも2個有すること

ビニル基含有オルガノポリシロキサンと(b)オルガノヒドロジェンポリシロキサンおよび(c)白金系触媒よりなる硬化性オルガノポリシロキサン組成物を付加反応により硬化させることが最も好ましい。

【0009】前記(a)成分は1分子中に珪素原子に結合するビニル基を少なくとも2個以上有することが必要であり、ビニル基以外の珪素原子に結合する炭化水素基としては前述の R^1 、 R^2 と同様の1価の炭化水素基から選択されるものである。またこの分子構造は直鎖状であっても分岐状あるいは環状であっても、更にはこれらの混合物であってもよく、分子量も特に限定されるものではないが、JIS-A硬度が $5\sim 90$ のシリコンゴム硬化性粉末を得るためには、 25°C における粘度が $10\sim 100,000\text{cp}$ とすることが好ましい。

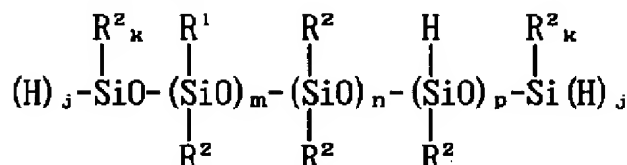
【0010】(a)成分の具体例としては、下記の一般式(化1)、(化2)で示されるものが挙げられる。

【化1】

が必要であり、この水素原子以外の珪素原子に結合した炭化水素基は前述の R^1 、 R^2 と同様の1価の炭化水素基から選択される。(b)成分の分子構造は特に限定されるものではなく直鎖状、分岐状または環状のいずれでも、またこれらの混合物であってもよく、分子量にも特に制限はないが、 25°C の粘度が $1\sim 10,000\text{cp}$ であることが好ましい。(b)成分の添加量は(a)成分中のビニル基1モルに対し(b)成分中の珪素原子に結合した水素原子が0.5モル未満となる量の場合には良好な硬化性を得ることが困難で、水素原子が20モルを超える量の場合には、硬化後のゴムの物理的性質が低下するので、水素原子が0.5~20モル、好ましくは0.5~5モルとなる量とすればよい。

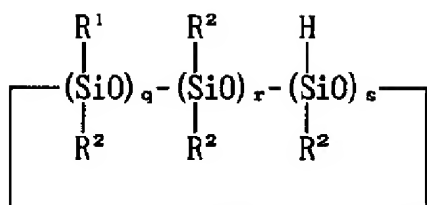
【0012】(b)成分の具体例としては下記一般式(化3)、(化4)で示されるものが挙げられる。

【化3】



(ここでjおよびkは0, 1, 2または3かつ $j+k=3$ であり、m, n, pは0または正数、且つ $2j+p\geq 2$ である。)

【化4】



(ここで q は1以上の正の整数、 r は0または正の整数、 s は2以上の整数で $q + r + s = 4 \sim 10$ である。)

【0013】(a)成分と(b)成分は均一に混合する必要があるため、(a)成分のモル比 $R^1/(R^1 + R^2)$ と

(b)成分のモル比 $R^1/(R^1 + R^2)$ との差が0.3以内であることが好ましい。

【0014】(c)成分は珪素原子に結合したビニル基と、珪素原子に結合した水素原子とを付加反応させる触媒であり、例えば白金担持カーボンもしくはシリカ、塩化白金酸、白金-オレフィン錯体、白金-アルコール錯体、白金-リン錯体、白金配位化合物等が挙げられる。

(c)成分の使用量は(a)成分と(b)成分の合計量に対し白金原子の量で5ppm以下では硬化が遅くなる上、触媒毒の影響も受けやすく、100ppmを超えても特に硬化速度の向上等を期待することができず経済性の面で好ましくないため、5~100ppmとなる範囲が好ましい。

【0015】このシリコーンゴム硬化物粉末の製造は上記した(a)、(b)および(c)成分よりなる硬化性オルガノポリシロキサン組成物を高温のスプレードライヤー中で硬化させる方法、有機溶媒中で硬化させる方法、これをエマルジョンとした後硬化させる方法などで行えばよいが、微細で均一な球状粒子を得ることが容易であるという点から、エマルジョン粒子とした後硬化させる方法が好ましい。この方法の好ましい例としては、

(a)成分としてのビニル基含有オルガノポリシロキサンと(b)成分としてのオルガノハイドロジェンポリシロキサンの所定量を混合し、界面活性剤を添加配合して、水性エマルジョンとし、さらに(c)成分を添加して硬化させる方法である。

【0016】本発明において使用される界面活性剤としては硬化反応に悪影響を及ぼすことの少ないポリオキシエチレンアルキルフェニルエーテル、ポリオキシエチレンアルキルエーテル、ポリオキシエチレンソルビタン脂肪酸エステルおよびグリセリン脂肪酸エステルなどのノニオン系界面活性剤とすることが好ましいが、この界面活性剤の添加量はエマルジョン100重量部に対して0.01重量部より少ないと微細な粒子とすることができず、20重量部より多くすると、水洗工程により過剰な乳化剤を取り除くことが困難になるため、0.01~20重量部の範囲とすることが必要であるが、好ましい範囲は0.05から10重量部である。

【0017】また、このエマルジョン中における(a)成分としてのビニル含有オルガノポリシロキサンと

(b)成分としてのオルガノハイドロジェンポリシロキ

サンとの含有量はこれらがエマルジョン100重量部に対し1重量部より少ないと効率的に不利となるし、80重量部より多くすると独立した硬化粒子のエマルジョンとすることができなくなるので、1~80重量部の範囲、より好ましくは10~60重量部の範囲である。得られるシリコーンゴム硬化物粉末中にシリコーンオイル、シラン、無機系粉末、有機系粉末などを含有させる場合には、エマルジョン化する際にオルガノポリシロキサン組成物中にこれらを混合しておけばよい。

【0018】このようにして調製されたエマルジョンは次いで(c)成分の白金系触媒を添加して、オルガノポリシロキサンを硬化させてシリコーンゴム硬化物の分散体とする。白金系触媒には公知の付加反応制御剤を添加してもよいし、この白金系触媒および反応制御剤が水に分散し難い場合には界面活性剤を添加して水中に分散が可能となるようにしてから添加してもよく、この方法によれば平均粒径が0.1~100 μ mであるシリコーンゴム硬化物粉末の水性分散液を得ることができる。

【0019】本発明のシリコーン硬化物粉末は上記のシリコーンゴム硬化物粉末にポリオルガノシルセスキオキサン硬化物を被覆することによって得ることができるが、このポリオルガノシルセスキオキサン硬化物は3官能性シロキサン単位的一般式 $R^3SiO_{3/2}$ で示されるオルガノシルセスキオキサン単位のみを構成単位とする。式中の R^3 はメチル、エチル、プロピル、ブチル、ペンチル、ヘキシル、ヘプチル、オクチル、ノニル、デシル、ドデシル、テトラデシル、ヘキサデシル、オクタデシル、エイコシル等のアルキル基、フェニル基、トリル基等のアリール基、ビニル基、アリル基などのアルケニル基、 β -フェニルエチル基、 β -フェニルプロピル基のようなアラルキル基、クロロメチル基、3,3,3-トリフルオロプロピル基などの1価ハロゲン化炭化水素基、さらにはエポキシ基、アミノ基、メルカプト基、アクリロキシ基、メタクリロキシ基等の反応性基を有する炭化水素基から選択される1種または2種以上の炭素数1~20の1価炭化水素基である。なお R^3 はその50モル%以上がメチル基であることが好ましい。

【0020】本発明におけるオルガノシルセスキオキサン硬化物のシリコーン硬化物粉末への被覆量としては、シリコーンゴム硬化物粉末の100重量部に対し1重量部未満では得られるシリコーン硬化物粉末の流動性、分散性および基材との相溶性が乏しくなり、50重量部より多くなるとシリコーン硬化物粉末が硬すぎるものとなるため、1~50重量部が必要であるが、好ましくは5~20重量部である。

【0021】本発明におけるオルガノシルセスキオキサン硬化物の被覆方法としては、例えば特開平7-196815号公報によればよい。即ち前記で得られたシリコーンゴム硬化物粉末の水性分散液に、アルカリ性物質またはアルカリ性水溶液とオルガノトリアルコキシシランを添加

し、加水分解、縮合硬化させればよい。従って本発明のシリコン硬化物粉末は水中分散体で得られ、更に水洗、脱水、乾燥、粉碎などの手段により粉末として得ることができる。

【0022】本発明の化粧料には、上記のシリコンゴム硬化物粉末の他に、一般に用いられる粉体類、結合油剤、界面活性剤、香料、防腐剤、溶剤などを適宜の量配合することができる。本発明の化粧料の製造方法は従来公知の方法で行えばよい。例えば前記シリコン硬化物粉末を他の粉体類と共にヘンシェルミキサー、スーパーミキサー、Vブレンダー、らいかい機、ナウターミキサーなどの混合機を用いて混合すればよい。更にこの混合物を別途溶解或いは分散混合した結合油剤、界面活性剤などとともに、リボンブレンダー、プラネタリーミキサー等を用いて混合すればよい。そして必要に応じてプレス成形等を行い化粧料を得ることができる。また本発明の化粧料としては、ファンデーション類、各種クリーム類、防臭パウダー、プレストパウダー、おしろいパウダー、ひげ剃りパウダー、ドライシャンプー等のパウダー製品類、口紅、アイシャドウ、マスカラ、アイライナー等のメイクアップ化粧料、シャンプー、リンス、ヘアコンディショナー、ヘアリンス、ヘアクリーム、ヘアスプレー、ヘアセット剤、染毛剤などのヘアケア化粧料、化粧落としなどの洗浄料類、ロールオン、スプレーなどの各種制汗等が挙げられるが、本発明はこれらに限定されるものではない。

【0023】

【実施例】次に実施例により本発明を更に詳細に説明する。実施例中の粘度は25℃における値である。シリコンゴム硬化物粉末のJIS-A硬度、シリコンゴム硬化物粉末の粒子径、形状、吸油量、流動性、分散性の評価は下記の方法により行った。

【0024】(シリコンゴム硬化物粉末の硬度) 硬化性オルガノポリシロキサン組成物中の(a)および(b)成分混合物 50gに、塩化白金酸のジビニルテトラメチルジシロキサン錯体の白金換算濃度 0.5重量%のトルエン溶液 0.20gと、2-メチル-2-トリメチルシロキサン-3-ブテン 0.10gを添加して均一に混合し、アルミ皿(直径60mm、深さ 9.5mm)に 26gを秤取し、室温で4時間放置後、60℃で12時間の条件で硬化反応を行い、25℃まで放冷した後JIS-K-6301に規定されるJIS-A硬度計により測定した。

【0025】(シリコンゴム硬化物粉末の平均粒径および形状) 得られたシリコンゴム硬化物粉末を光学顕

微鏡により観察し粒径の測定、形状の決定を行なった。

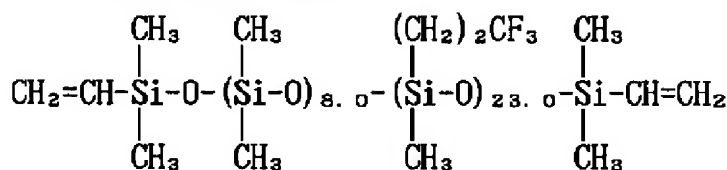
【0026】(吸油量) 試料5.0gを50mlのガラスビンに取り、50gのデカメチルペンタシクロシロキサンを添加し、振とう機で10分間よく混合した後室温で静置し、3日後に1kg/cm²の圧力でろ紙を用いて加圧ろ過し、ろ過後の粉体重量を測定し、試験後の増加重量を算出することにより粉体5g当たりの吸油量とした。またデカメチルペンタシクロシロキサンに代わってジメチルポリシロキサン(粘度6cs)を用いて同様の試験を行い吸油量を測定した。

【0027】(流動性の評価) 排出口の内径が4mmのロートに試料 10gを入れ、粉体特性測定装置・パウダーテスターPTE型[ホソカワミクロン(株)製商品名]を用いてロートに振幅1mmの振動を与え、試料がロートから全量排出される時間を測定した。

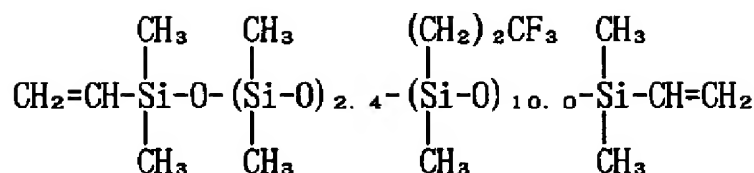
【0028】(分散性の評価) 粉体特性測定装置・パウダーテスターPTE型(前出)を用いて、振幅1mmの振動を与え、篩 200メッシュ、100メッシュ、60メッシュの篩分け性を測定した。(90秒間、試料量2g)

【0029】(シリコンゴム硬化物粉末の製造例1) 下記の構造式(化5)で示されるオルガノポリシロキサン(a-1) 284.9gおよび下記の構造式(化6)で示されるオルガノポリシロキサン(a-2) 142.4gおよび下記の構造式(化7)で示されるオルガノハイドロジェンポリシロキサン(b-1) 72.7gの混合物に、ポリオキシエチレンラウリルエーテル[商品名: エマルゲン 109 P・花王(株)製] 4.0gと水 60gを均一に溶解させたものを添加し、ホモミキサーで5,000rpmで攪拌することにより転相がおこり濃厚な水中油型乳化物を得た。10分間混練後ホモミキサーの回転数を2,000rpmにし、水436gを加えて希釈し均一なエマルジョンを得た。次にこのエマルジョン1,000gに、塩化白金酸のジビニルテトラメチルジシロキサン錯体のトルエン溶液4.0g(白金換算濃度 0.5重量%)とエマルゲン 109 P 8.0gを予め混合し、均一に溶解させたものを添加し、室温で24時間反応させたところ、分散液(以下「シリコンゴム硬化物粉末分散液-1」と呼称)が得られたが、この分散液中の粒子の平均粒径をコールターカウンター(コールターエレクトロニクス社製)を用いて測定したところこれは5μmであり、この分散液の数gを室温乾燥したところ、弾性のある白色のゴム粉体を得られた。また前記と同様の方法によりゴム硬度、粒子形状を測定し(表1)に示した。

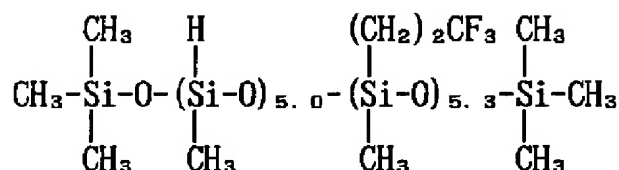
【化5】



【化6】



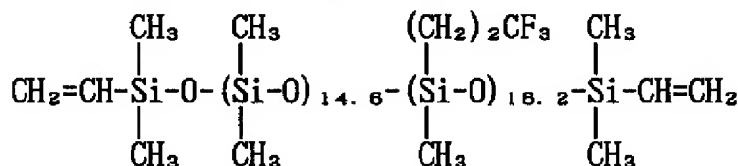
【化7】



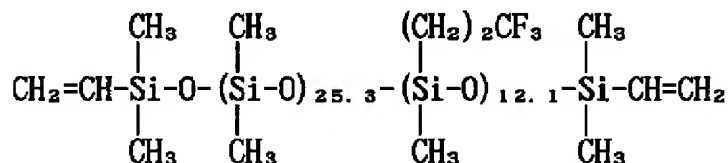
【0030】（シリコーンゴム硬化物粉体の製造例2、3）下記の構造式（化8）で示されるオルガノポリシロキサン（a-3）、下記の構造式（化9）で示されるオルガノポリシロキサン（a-4）および前記オルガノハイドロジェンポリシロキサン（b-1）を表1の製造例2、3で示される組成で製造例1と同様の方法で分散液

（それぞれ「シリコーンゴム硬化物粉体分散液-2」「シリコーンゴム硬化物粉体分散液-3」とする）を製造した。また製造例1と同様の方法でゴム硬度、粉体粒径、粉体粒子の形状を測定し、結果を（表1）に示した。

【化8】



【化9】



【0031】（実施例1）1リットルのガラスフラスコに水659.2g、「シリコーンゴム硬化物粉体分散液-1」302.4g、およびアンモニア水（濃度28重量%）19.0gを仕込み、水温を8℃とし、翼回転数200rpmで錯型攪拌翼で攪拌した。このとき液のpHは11.8であったが、この液にメチルトリメトキシシラン 20.4gを20分かけて滴下し、この間液温を5～10℃に保ち、更に室温で1時間攪拌し、55～60℃まで加熱し、引き続き1時間攪拌し、得られた液を加圧濾過器を用いて水分含量約30重量%のケーキ状物とした。このケーキ状物を 1,000mlの水で2回洗浄し、熱風循環乾燥機中で 105℃で12時間乾燥し、乾燥物をジェットミルで解砕し、シリコーン硬化物粉末を得た。これを光学顕微鏡で観察したところ、球状であることが確認され、界面活性剤を用いて水に分散させ、そ

の平均粒径をコールターカウンターで測定したところ5μであった。またこの流動性および分散性を調べたところ、（表5）に示したとおりの良好な結果が得られた。

【0032】（実施例2～4）水の量、アンモニア水の量、シリコーンゴム硬化物粉体分散液の種類、オルガノトリメトキシシランの量を（表2）に示したようにそれぞれ変更したほかは、実施例1と同様に処理してシリコーン硬化物粉末を製造し、その形状、平均粒径を調べたところ、（表2）に示した結果が得られ、その流動性、分散性は（表5）に示したとおりの良好な結果が得られた。

【0033】

【表1】

		製造例 1	製造例 2	製造例 3
オルガノポリシロキサン (g)	(a-1)	284.9	0	0
	(a-2)	142.4	0	0
	(a-3)	0	441.6	0
	(a-4)	0	0	439.5
オルガノハイドロジェンポリシロキサン (g) (b-1)		72.7	58.4	60.5
R ¹ / (R ¹ + R ²) (モル比)		0.32	0.22	0.26
粒 径 (μm)		5	5	5
形 状		球 状	球 状	球 状
ゴ ム 硬 度 (JIS-A)		30	26	26

【0034】

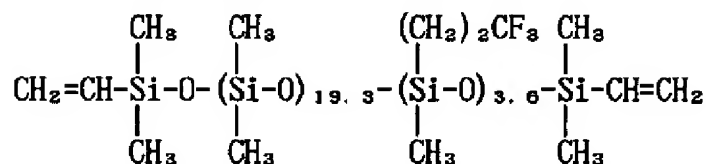
【表2】

実 施 例		1	2	3	4
配 合 (g)	水	659.2	←	←	←
	アンモニア水	19.0	←	←	←
	シリコーンゴム硬化物粉体分散液-1	302.4	302.4	0	0
	シリコーンゴム硬化物粉体分散液-2	0	0	302.4	0
	シリコーンゴム硬化物粉体分散液-3	0	0	0	302.4
	メチルトリメトキシシラン	30.5	20.4	20.4	20.4
生成粒子の形状		球状	←	←	←
生成粒子の平均粒径 (μm)		5	5	5	5

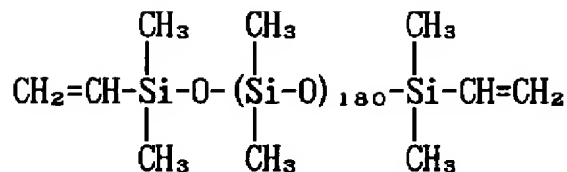
【0035】(シリコーンゴム硬化物粉体の製造例4、5) 下記の構造式(化10)で示されるオルガノポリシロキサン(a-5)、下記の構造式(化11)で示されるオルガノポリシロキサン(a-6)および下記の構造式(化12)で示されるオルガノハイドロジェンポリシロキサン(b-2)を(表3)に示した量で予め均一に

混合し、製造例1と同様の操作で、分散液(それぞれ「シリコーンゴム硬化物粉体分散液-4」、「シリコーンゴム硬化物粉体分散液-5」と呼ぶ)を得た。製造例1~3と同様の方法でゴム硬度、粉体粒径、粉体粒子の形状を測定し結果を(表3)に示した。

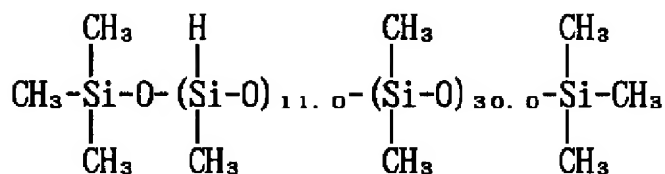
【化10】



【化11】



【化12】



【0036】

【表3】

		製造例 4	製造例 5
オルガノポリシロキサン (g)	(a-5)	414.9	0
	(a-6)	0	483.0
オルガノハイドロジェンポリシロキサン (g) (b-2)		85.1	17.0
R ¹ / (R ¹ + R ²) (モル比)		0.04	0.00
粒 径 (μm)		5	5
形 状		球 状	球 状
ゴ ム 硬 度 (JIS-A)		28	29

【0037】(比較例1、2)水の量、アンモニア水の量、シリコーンゴム硬化物粉体分散液の種類、オルガノトリメトキシシランの量を(表4)に示したようにそれぞれ変更したほかは、実施例1と同様に処理してシリコーン硬化物粉末を製造し、前記と同じ方法で形状、平均

粒径を調べたところ、(表4)に示したとおりの結果が得られ、これについての流動性、分散性は(表5)に示したとおりの結果が得られた。

【0038】

【表4】

比 較 例		1	2
配 合 (g)	水	659.2	←
	アンモニア水	19.0	←
	シリコーンゴム硬化物粉体分散液-4	302.4	0
	シリコーンゴム硬化物粉体分散液-5	0	302.4
	メチルトリメトキシシラン	20.4	←
生成粒子の形状		球状	←
生成粒子の平均粒径(μm)		5	5

【0039】(比較例3)「シリコーンゴム硬化物粉体分散液-1」を、加圧濾過器を用いて水分含量約30重量%のケーキ状物とし、更に乾燥機中で105℃の温度で乾燥してシリコーンゴム硬化物粉体を得、これについて流

動性及び分散性を調べたところ、(表5)に示したとおりの結果が得られた。

【0040】

【表5】

		実 施 例				比 較 例		
		1	2	3	4	1	2	3
吸油量	デカメチルペンタシクロシロキサン	2.4	2.1	3.0	2.6	15.6	18.3	1.7
(g)	ジメチルポリシロキサン (6cs)	2.2	1.9	2.9	2.4	9.2	12.0	1.8
流動性	(秒)	20	70	30	24	30	32	300<
分散性	60 メッシュパス (%)	99	91	91	87	88	90	0
	100 メッシュパス (%)	96	73	86	82	81	83	0
	200 メッシュパス (%)	83	11	76	60	58	61	0

【0041】

(実施例5) (ファンデーションの製造方法)

(成分)

1	酸化チタン	12.0重量%
2	酸化亜鉛	9.0重量%
3	カオリン	35.0重量%
4	タルク	20.0重量%
5	ベンガラ	0.8重量%
6	黄酸化鉄	2.5重量%
7	黒酸化鉄	0.2重量%
8	シリコーン硬化物粉末 (実施例1)	7.0重量%
9	流動パラフィン	4.0重量%
10	オクタメチルシクロテトラシロキサン	5.0重量%
11	ジメチルポリシロキサン (6cs)	5.0重量%
12	パルミチン酸イソプロピル	3.0重量%
13	グリセリン	3.0重量%
14	防腐剤	適量
15	香料	適量

A : 成分1~10を均一に混合する。

B : 成分11~14を混合し、Aを加える。

C : Bに成分15を加えて金型でプレス成形する。

上記製造方法により製造したファンデーションの使用感

及び使用性について、女性10名のパネラーにより評価し

たところ、10名とも従来品に比較して使用時のマットや
スポンジへの取れ易さが良好で、ケーキングしにくく、
肌への塗布時の伸展性、滑らかさ、さらさら感に優れて
いるとの評価であった。

【0042】

(実施例6) (リキッドファンデーションの製造方法)

(成分)

1	オクタン酸トリグリセリル	10.0重量%
2	イソオクタン酸ネオペンチルグリコールジエステル	7.0重量%
3	デキストリン脂肪酸エステル	1.5重量%
4	12-ヒドロキシステアリン酸コレステリル	0.5重量%
5	ホホバ油	5.0重量%
6	KF6026 [信越化学工業(株)製、ポリオキシアルキレン変性シリコーンオイル商品名]	1.0重量%
7	酸化チタン	8.0重量%
8	無機系有色顔料	4.0重量%
9	マイカ	3.0重量%
10	タルク	3.0重量%
11	シリコーン硬化物粉末 (実施例2)	2.0重量%

12	1, 3-ブチレングリコール	7.0重量%
13	香料	適量
14	防腐剤	適量
15	精製水	残量

A：成分1～6を混合し、加熱溶解する。これに成分7～11を加えて均一に分散させる。

B：成分12、成分14～15を混合し加温する。

C：AにBを加えて攪拌乳化する。

D：Cを冷却し成分13を加えてリキッドファンデーションを得る。

上記製造方法により製造したリキッドファンデーションの使用感及び使用性について、女性10名のパネラーにより評価したところ、10名とも従来品に比較して、肌への塗布時の伸び、塗布後のさらさら感、滑らかさに優れているとの評価であった。

【0043】

(実施例7) (リンスの製造方法)

(成分)

1	ステアリン酸エチレングリコールジエステル	3.0重量%
2	セタノール	2.0重量%
3	ステアリン酸プロピレングリコールモノエステル	3.0重量%
4	ジメチルポリシロキサン(100cs)	3.0重量%
5	ステアリン酸モノグリセリル	4.0重量%
6	ポリオキシエチレン(EO付加モル=3)ステアレート	4.0重量%
7	塩化アセチルトリメチルアンモニウム	5.0重量%
8	ポリオキシエチレン(EO付加モル=20)セチルエーテル	2.0重量%
9	シリコーン硬化物粉末(実施例3)	2.0重量%
10	1, 3-ブチレングリコール	5.0重量%
11	防腐剤	適量
12	香料	適量
13	精製水	残量

A：成分1～9を攪拌混合する。

B：成分10、11及び13を加温混合する。

C：AにBを添加し混合した後冷却し成分12を添加してリンスを得る。

上記製造方法により製造したリンスの使用感を女性10名

のパネラーにより評価したところ、10名とも従来品に比較して、使用時にべたつきや重さがなく、毛髪に優れた艶を与え、さらさら感に優れ、櫛通りのよい、使用後も性能持続性の優れたものとの評価であった。

【0044】

(実施例8) (ヘアスプレーの製造方法)

(成分)

1	ジメチルポリシロキサン(100万cs)	3.0重量%
2	デカメチルシクロペンタシロキサン	75.0重量%
3	シリコーン硬化物粉末(実施例4)	7.0重量%
4	香料	適量
5	噴射剤(液化プロパン)	残量

A：成分1～4を混合する。

B：Aをエアゾール用缶に詰めた後成分5を充填しヘアスプレーを得る。

上記製造方法により得られたヘアスプレーの使用感及び使用性を女性10名のパネラーにより評価したところ、10名とも従来品に比較して、使用時にべたつきや重さがなく、毛髪に優れた光沢を与え、さらさら感、なめらかさ、しっとり感に優れ、櫛通りのよい、使用性も持続性

も優れたものとの評価であった。

【0045】

【発明の効果】本発明のシリコーン硬化物粉末は凝集が少なく分散性に優れ、かつ有機性油性物質に対して優れた耐油性を有している。さらに本発明のシリコーン硬化物粉末を配合してなる化粧料は、化粧の持続性に優れ、色ムラがなく、仕上がりが美しいという特徴を有する。

フロントページの続き

(51)Int.Cl. ⁷	識別記号	F I	タームコード (参考)
A 6 1 K	7/08	A 6 1 K	7/08
C 0 8 K	9/06	C 0 8 K	9/06
(72)発明者 桑田 敏		F ターム (参考)	4C083 AB082 AB212 AB232 AB242
群馬県碓氷郡松井田町大字人見1番地10			AB432 AB442 AC012 AC022
信越化学工業株式会社シリコン電子材料			AC072 AC122 AC182 AC352
技術研究所内			AC392 AC402 AC422 AC692
			AC912 AD152 AD161 AD162
			AD171 AD172 AD492 BB26
			CC01 CC12 CC32 CC39 DD08
			DD21 DD23 EE06 EE07 EE28
			FF01 FF05
			4J002 AA001 CP081 FB121 GB00